

AB



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 199 27 537 A 1**

⑤⑦ Int. Cl.7:
B 01 J 2/00
B 01 J 2/04
B 01 J 2/16

②① Aktenzeichen: 199 27 537.8
②② Anmeldetag: 16. 6. 1999
④③ Offenlegungstag: 21. 12. 2000

DE 199 27 537 A 1

⑦① Anmelder:
Merck Patent GmbH, 64293 Darmstadt, DE

⑦② Erfinder:
Schwarz, Eugen, Dr., 64625 Bensheim, DE; Möschl,
Gernot, 64331 Weiterstadt, DE; Rützler, Hanspeter,
79691 Neuenweg, DE; Dutter, Jean-Marc,
Hegenheim, FR

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ **Sprühtrocknungsanlage und Verfahren zu ihrer Verwendung**

⑤⑦ Die Erfindung betrifft einen Fließbettapparat mit integrierter Sprühtrocknung sowie ein Verfahren zu dessen Verwendung. Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung sprühgetrocknetem Pulvermaterials, dessen Produkteigenschaften je nach weiterer Verwendung gezielt variiert werden können.

DE 199 27 537 A 1

BEST AVAILABLE COPY

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Fließbettapparat mit integrierter Sprühtrocknung sowie ein Verfahren zu dessen Verwendung. Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung sprühgetrockneten Pulvernaterial, dessen Produkteigenschaften je nach weiterer Verwendung gezielt variiert werden können.

Üblicherweise werden im Handel befindliche Granulate hergestellt, indem eine Lösung oder eine Suspension einer oder mehrerer Komponenten in einen mit Heißgas beschickten Sprühturm gesprüht werden. Im Heißgasstrom verdampfen die flüssigen Anteile und es bilden sich Feststoffpartikel, die mehr oder weniger statistisch geformt sind.

Bekannt ist auch die Granulierung in einem Wirbelbett, worin der Prozeßluftstrom einen speziell geformten Anströmboden durchströmt und dabei eine Wirbelschicht aus festem Startmaterial erzeugt. Die Sprühlüssigkeit gelangt durch ein Düsenystem feinverteilt in den Wirbelraum. Die wirbelnden Partikel werden benetzt, die Oberfläche angelöst und die Partikel haften zusammen. Am Ende des Wirbelbetts wird kontinuierlich Feststoff entnommen. Gleichzeitig wird am Eingang eine geringere Menge Feststoff zugeführt, auf den Sprühlüssigkeit fein verteilt wird. Ein Filtersystem bewirkt das kein Staub das Wirbelbett verläßt und nur am Ausgang Granulatpartikel entnommen werden, die eine Mindestgröße aufweisen. Auch in einem solchen Wirbelbett bilden sich Feststoffpartikel, die mehr oder weniger statistisch geformt sind.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, eine geeignete Anlage und ein Verfahren zum Betrieb der Anlage zur Verfügung zu stellen, mit deren Hilfe Eigenschaften von sprühgetrockneten bzw. granulierten, pulverförmigen Produkten nach Wunsch hinsichtlich Korngröße, Korngrößenverteilung, Feuchte und Tablettierfähigkeit variiert werden können.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt durch eine Sprühtrocknungsanlage, welche

- a) eine Sprühtrocknungseinheit (B)
- b) ein Fließbett (A)
- c) eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C)
- e) einem Pulverdosiervorgat (D) und
- f) einer Pulverrückführung (9) mit Ventilator (E) aufweist.

In der Sprühtrocknungseinheit der erfindungsgemäßen Sprühtrocknungsanlage werden (B) flüssiges Medium (5), Sprühluft (6), pulverförmiges Material (9) und Heißluft (4) zusammengeführt.

Eine besondere Ausführungsform besteht darin, daß sich eine Sprühtrocknungseinheit (B) senkrecht über einem anschließenden Wirbelbett in einem Sprühturm befindet.

In einer speziellen Ausführungsform kann die Sprühtrocknungseinheit (B) der Anlage ein Sprühsystem enthalten, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Sprühdüse mit koaxial angeordneter Pulverrückführung und Heißgasumströmung besteht.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt insbesondere durch eine Anlage, in der eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C) örtlich variabel im Fließbett angebracht werden können. An das Fließbett schließt sich gemäß der vorliegenden Erfindung eine durch eine Schleusenklappe (F) abgetrennte Pulverdosiervanlage (D) an, welche durch einen Überlauf (8) gespeist wird.

Eine Teilmenge des gebildeten Produkts kann erfindungsgemäß über eine Flugförderung, in der ein Ventilator (E) als

Förderorgan dient, gegebenenfalls nach Zerkleinerung in die Sprühtrocknungseinheit (B) zurückgeführt werden. Der als Förderorgan wirkende Ventilator (E) kann gleichzeitig als Zerkleinerungseinheit des zurückgeführten Pulvers dienen.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt auch durch ein Verfahren zur Herstellung von sprühgetrocknetem Pulvernaterial, in dem

- a) in einem ersten Schritt ein flüssiges Medium, Sprühgas, pulverförmiges Material und Heißluft zusammengeführt werden,
- b) das entstehende pulverförmige Produkt in ein Fließbett fällt, aufgenommen, fluidisiert und weitertransportiert wird,
- c) in einem oder mehreren Granulierungsschritt(en) mit weiterem flüssigen Medium besprüht, getrocknet und im Fließbett in Richtung der Pulverdosiervanlage gefördert wird, von welcher aus
- d) eine Teilmenge als pulverförmiges Material in den Prozeß zurückgeführt wird.

Bei dem flüssigen Medium handelt es sich um eine Lösung, eine Dispersion oder eine Suspension.

Eine besondere Variante des Verfahrens besteht darin, daß das zurückgeführte pulverförmige Material vor der Rückführung zerkleinert wird.

Als Sprühgas, als Träger- und Heizgas Luft oder ein Inertgas kann ein Gas ausgewählt aus der Gruppe N_2 und CO_2 verwendet werden. Das Gas kann erfindungsgemäß im Kreislauf geführt werden, wobei es durch Filter oder mit Hilfe von Dynamikfiltern von Partikeln befreit wird und erneut den Sprühdüsen zugeführt bzw. aufgeheizt und in das Fließbett eingeführt wird.

Erfindungsgemäß können an verschiedenen Stellen der Anlage verwendete flüssige Medien unterschiedliche Zusammensetzungen aufweisen.

Die Lösung der vorliegenden Aufgabe erfolgt insbesondere auch dadurch, daß sich durch Variation der Parameter, Sprühdruk, Flüssigkeitsmenge, zurückgeführte Pulvermenge, Heißluftstrom und Temperatur der Heißluft gezielt Partikelgrößen zwischen 50 bis 1000 µm einstellen lassen.

Zur Durchführung des Verfahrens wird zu Beginn die Anlage mit pulverförmigem Startmaterial über den Einfüllstutzen (3) beschickt. Über die Kammiern (1) wird im Sprühtrocknungsraum ein Luftstrom erzeugt.

Das eingeführte Startmaterial wird durch diesen Luftstrom fluidisiert und bewegt sich in die Richtung der Austragsklappe (F). Der Pulverstrom erhält diese Bewegungsrichtung bei Erzeugung des Luftstroms durch eine entsprechende Perforation des Conidurbodens. Das fluidisierte Produkt läßt sich durch einfaches Öffnen der Schleusenklappen (F) austragen. An dieser Stelle der Anlage sind Vorrichtungen geschaffen, die es ermöglichen entweder das Produkt in eine Pulverdosiervanlage oder über eine Flugförderung zur Sprühtrocknungseinheit zu führen. Am Austrag über die Pulverdosiervanlage befindet sich ein Überlauf (8) für das Fertigprodukt. Der Ventilator (E) der Sprühtrocknungseinheit dient sowohl als Fördermittel für das Produkt als auch als Zerkleinerungseinheit für zurückzuführendes Pulvernaterial. Zurückgeführtes Pulvernaterial der Rückführungsleitung (9) wird durch die besondere Ausgestaltung der Sprühtrocknungsdüse mit den entsprechenden Medien Flüssigkeit (5) Sprühluft (6) und Heißluft (4) zusammengeführt. Das entstehende Pulver bzw. Granulat wird vom Fließbett aufgenommen und wird wie bereits oben beschrieben, weitertransportiert. Beim Passieren der Granulationsdüsen (C) wird weiteres Medium, welches eine andere Zusammensetzung

zung haben kann als das in die Sprühdüse mit Pulverrückführung eingebrachte, auf die gebildeten Partikel gesprüht. Es erfolgt eine weiteres Granulieren und eine erneute Einstellung der Korngrößenverteilung. Aus den Kammern (1) über die Conidurböden eingeschleuste Luft wird das Produkt auf die gewünschte Endfeuchte getrocknet. In die Anlage integrierte Dynamikfilter (G) wird ein Austrag von Pulverpartikeln in die Umgebung verhindert.

Statt der drei Granulationsdüsen (C), wie in **Abb. 1** dargestellt, können an der entsprechenden Stelle der Anlage ein oder mehrere Sprühdüsen oder Sprühtrocknungsdüsen oder auch nur eine, zwei oder mehr als drei Granulationsdüsen angebracht sein. Diese zusätzlichen Düsen können sich direkt am Anfang des Fließbetts oder weiter nach hinten verschoben befinden. Die Wahl des Ortes, an dem das ursprünglich gebildete Pulvermaterial erneut ein- oder mehrmals besprüht wird, ist u. a. auch davon abhängig, welche Restfeuchte das gewünschte Produkt haben soll. Es versteht sich von selbst, daß ein Produkt mit besonders niedriger Restfeuchte nach dem letzten Besprühen eine längere Verweilzeit im Wirbelbett erforderlich macht als eines mit höherer.

Je nach Wunsch können durch die verschiedenen Düsen unterschiedliche Zusammensetzungen auf die bereits gebildeten Partikeloberflächen aufgebracht werden, so daß Partikel mit einem schichtförmigen Aufbau erhalten werden können. Es kann aber auch dazu dienen, eine gleichmäßigere Korngrößenverteilung zu erzielen.

Weiterhin kann die erfindungsgemäße Anlage nicht nur mit Luft als Trägermedium betrieben werden. Es ist auch möglich die gesamte Anlage im Kreislauf mit einem Inertgas, wie z. B. Stickstoff, oder mit Kohlendioxidgas zu fahren.

Die Anlage ist so ausgestaltet, daß die Parameter Flüssigkeitsmenge, Sprühdruk, rückgeführte Pulvermenge, Heißgasmenge, Heißgastemperatur, Warmluftmenge, Warmlufttemperatur individuell regelbar sind. Daher lassen sich durch die zurückgeführte Pulvermenge, die eingespeiste Flüssigkeitsmenge und den Sprühdruk je nach Wunsch die Eigenschaften des Endprodukts einstellen hinsichtlich der Feuchte, der Korngröße und der Korngrößenverteilung. Je nach Wunsch können in der beschriebenen Anlage pulverförmige Produkte hergestellt werden mit Partikelgrößen zwischen 50 und 1000 µm. Je nach Fahrweise können die Partikel aus einer einzigen chemischen Substanz bestehen oder einen schichtförmigen Aufbau von verschiedenen Substanzen zeigen oder je nach gewählten Verfahrensparametern einen mehr oder weniger kristallinen oder vorwiegend amorphen Aufbau aufweisen, wobei im letzteren Fall die Partikel sowohl aus einer als auch aus einem Gemisch von verschiedenen Komponenten bestehen können.

Besonders gesteuert werden können die Bildung der Partikel durch eine in die Anlage integrierte Sprühdüse, welche geeignet ist, um sprühtrocknete Granulate herzustellen. Eine entsprechende Ausführungsform einer solchen Sprühdüse ist in **Fig. 2** dargestellt.

Bei dieser Sprühdüse handelt es sich an sich um ein Sprühsystem, das aus einer mit Heißwasser beheizbaren Zweistoff-Sprühdüse (1), (2), (3) besteht, welche wiederum mit einer coaxial angeordneten Pulverrückführung (4) und einer Heißgasumströmung (5) ausgestattet ist.

Vorteil dieses Sprühsystems ist, daß das Pulver unmittelbar am Austritt mit den über die Zerstäubungsluft erzeugten Flüssigkeitströpfchen in Kontakt kommt und granuliert oder agglomeriert wird. Damit die Granulate nicht verkleben und die Oberflächenfeuchte abgeführt werden kann, ist das Sprüh- und Pulverteil in einen Heißgasstrom eingeschlossen, wo die notwendige Energie zur Verdampfung der Flüssigkeit

direkt umgesetzt wird. Die Nach Trocknung findet im Fließbett statt.

Insbesondere auch durch Einbau dieses Sprühtrocknungssystems ist es möglich, gezielte Partikelgrößen zu erzielen.

Ein besonderer Vorteil dieser Sprühtrocknungsanlage besteht daher darin, daß in einer einzigen Anlage in Abhängigkeit von den eingestellten Verfahrensparametern und von den verwendeten zu versprühenden flüssigen Medien sehr unterschiedliche Produkte herstellen lassen.

Zum besseren Verständnis und zur Verdeutlichung werden im folgenden ein allgemeines Fließschema (**Fig. 1**) der beschriebenen Sprühtrocknungsanlage und Beispiele gegeben, die im Rahmen des Schutzbereichs der vorliegenden Erfindung liegen, nicht jedoch geeignet sind, die Erfindung auf diese Beispiele zu beschränken.

Fig. 1 zeigt ein verallgemeinertes Fließschema einer möglichen Ausführungsform einer solchen Sprühtrocknungsanlage, in der die gegebenen Ziffern und Buchstaben die folgenden Bedeutungen haben:

Anhand der in der Beschreibung genannten und der in dem Fließschema gegebenen Komponenten ist es dem Fachmann ohne weiteres möglich, durch Auswahl im Handel erhältlicher Einzelkomponenten eine entsprechende Anlage zu erstellen. Es versteht sich für den auf dem Fachgebiet tätigen Fachmann von selbst, daß zum Betrieb der Anlage sowohl zusätzliche elektrische als auch mechanische Regelungseinheiten eingebaut werden müssen, um die Verfahrensparameter, wie beschrieben, regeln und variieren zu können.

- 1 Luftzuführungskammer
- 2 Abluftkammer
- 3 Einfüllstutzen
- 4 Heißluftzufuhr
- 5 Flüssigkeitszufuhr
- 6 Sprühluft
- 7 Heizmedium
- 8 Produkt
- 9 Pulver
- A Fließbettapparat
- B Sprühtrocknungseinheit
- C Granulationsdüsen
- D Pulverdosiervorgang
- E Ventilator zur Pulverrückführung
- F Schleusenklappen
- G Dynamikfilter

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von sprühtrocknetem Pulvermaterial, **dadurch gekennzeichnet**, daß
 - a) in einem ersten Schritt ein flüssiges Medium, Sprühgas, pulverförmiges Material und Heißluft zusammengeführt werden,
 - b) das entstehende pulverförmige Produkt in ein Fließbett fällt, aufgenommen, fluidisiert und weitertransportiert wird,
 - c) in einem oder mehreren Granulierungsschritt(en) mit weiterem flüssigen Medium besprüht, getrocknet und im Fließbett in Richtung der Pulverdosiervorgang gefördert wird, von welcher aus
 - d) eine Teilmenge als pulverförmiges Material in den Prozess zurückgeführt wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem flüssigen Medium um eine Lösung, eine Dispersion oder eine Suspension handelt.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das zurückgeführte pulverförmige Mate-

rial vor der Rückführung zerkleinert wird.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl als Sprühgas als auch als Träger- und Heizgas Luft oder ein Inertgas ausgewählt aus der Gruppe N_2 , CO_2 oder ... verwendet wird.

5. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas im Kreislauf geführt wird.

6. Verfahren gemäß der Ansprüche 1, 4 und 5, dadurch gekennzeichnet, daß das im Kreislauf geführte Gas durch Filter von Partikeln befreit wird und erneut den Sprühdüsen zugeführt bzw. aufgeheizt und in das Fließbett eingeführt werden.

7. Verfahren gemäß der Ansprüche 1, und 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas mit Hilfe von Dynamikfiltern von Partikeln befreit wird.

8. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten flüssigen Medien an verschiedenen Stellen der Anlage unterschiedliche Zusammensetzungen aufweisen.

9. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sich durch Variation der Parameter, Sprühdruk, Flüssigkeitsmenge, zurückgeführte Pulvermenge, Heißluftstrom und Temperatur der Heißluft gezielt Partikelgrößen zwischen 50 bis 1000 μm einstellen lassen.

10. Sprühtrocknungsanlage, gekennzeichnet durch

- a) eine Sprühtrocknungseinheit (B)
- b) ein Fließbett (A)
- c) eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C)
- d) einem Pulverdosiervorgat (D) und
- f) einer Pulverrückführung (9) mit Ventilator (E).

11. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß in der Sprühtrocknungseinheit (B) flüssiges Medium (5), Sprühluft (6), pulverförmiges Material (9) und Heißluft (4) zusammengeführt werden.

12. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß sich eine Sprühtrocknungseinheit (B) senkrecht über einem sich anschließenden Wirbelbett in einem Sprühturm befindet.

13. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Sprühtrocknungseinheit (B) ein Sprühsystem enthält, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Sprühdüse mit coaxial angeordneter Pulverrückführung und Heißgasumströmung besteht.

14. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C) örtlich variabel im Fließbett angebracht werden können.

15. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß sich an das Fließbett eine durch eine Schleusenklappe (F) abgetrennte Pulverdosiervorgat (D) anschließt, welche durch einen Überlauf (8) gespeist wird.

16. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine Teilmenge des gebildeten Produkts über eine Flugförderung, in der ein Ventilator (E) als Förderorgan dient, gegebenenfalls nach Zerkleinerung in die Sprühtrocknungseinheit (B) zurückgeführt wird.

17. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Ventilator (E) gleichzeitig als Zerkleinerungseinheit des zurückgeführten Pulvers dient.

18. Sprühsystem, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Sprühdüse mit coaxial angeordneter Pulverrückführung und Heißgasumströmung besteht

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

Fig. 1

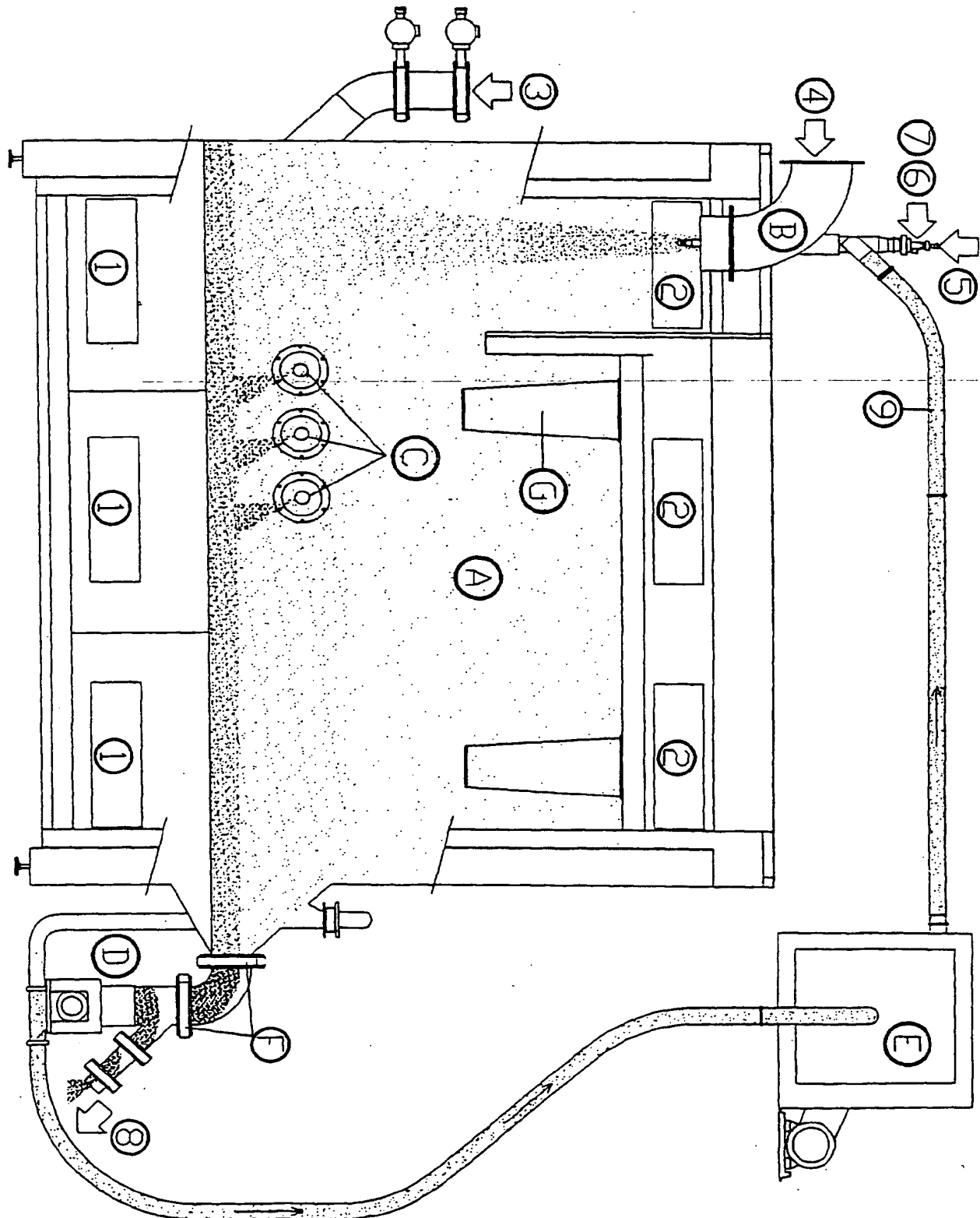


Fig. 2

